PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-277267

(43) Date of publication of application: 09.10.2001

(51)Int.CI.

B29C 41/28 B29C 41/52 C08J 5/18 // B29K 1:00 B29L 7:00 C08L 1:08

(21)Application number: 2000-100671

(71)Applicant: KONICA CORP

(22)Date of filing:

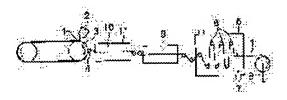
03.04.2000

(72)Inventor: KUROKAWA SHOICHI

(54) APPARATUS FOR MANUFACTURING CELLULOSE ESTER FILM AND METHOD FOR MANUFACTURING IT

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an apparatus for manufacturing a cellulose ester film and a method for manufacturing it wherein when the cellulose ester film which is useful for a liquid crystal image displaying device and a silver halide photograph light sensitive material and is especially for a thin liquid crystal image displaying device is produced at high speed by using a manufacturing apparatus based on a solution casting film forming method and a method for manufacturing it, even if remaining amount of solvent in a web becomes large, a quality with no generation of staining, deterioration of surface flatness, bending on both ends, scuff marks, etc., and with no optical problem can be obtained and excellent productivity is also obtained.



SOLUTION: In the apparatus for manufacturing the cellulose ester film by means of the solution casting film forming method, a carrying means being non-contact with the face on air side on at least a metal supporting body of a web is provided between a place just after a release roll and a tenter introducing inlet.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(川)特許山東公開番号 特開2001-277267 (P2001-277267A)

(43)公開日 平成13年10月9日(2001.10.9)

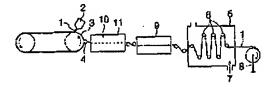
(51) Int.CL ⁷		識別記号		FI				7º	(参考)
B29C	41/28			B29	9 C	41/28			4F071
	41/52					41/52			4F205
C08J	5/18	CEP		CO	8 J	5/18		CEP	
∦B29K	1:00			B 2 9	9K	1:00			
B 2 9 L	7:00			B 2 9	9 L	7:00			
			審查商求	未請求	部落	や項の数10	OL	(全 13 頁)	最終質に続く
(21)出顯番号		特爾2000-100671(P2	000-100871)	(71)出廢人 000001270					
						オニロ	朱式会	社	
(22)出題日		平成12年4月3日(200	0.4.3)	京京都新宿区西新宿1丁目26番2号					
				(72)	建明	計 黒川	正一		
						東京都	市役日	さくら町1番	地コニカ株式会
				社内					
				F夕·	_ _	(参考) 4F	071 AA	01HA SIHA 00	BA02 BB02
							BO	01 BC12	
						4 F	205 AA	OI AGOL CAD?	GB02 G007
							GN	19 ON22 ON24	GN29
		,							
		•							

(54) 【発明の名称】 セルロースエステルフィルムの製造装置及び製造方法

(57)【要約】

【課題】 液晶画像表示装置やハロゲン化銀写真感光材 料に有用な、特に薄手の液晶画像表示装置用のセルロー スエステルフィルムを、溶液流延製験法による製造装置 及びその製造方法を用いて高速生産する際、ウェブの残 **習溶媒置が多くなっても、またフィルムが薄手になって** も汚れ、平面性劣化、両端の折れ、擦り傷の発生がな く。また光学的にも問題ない品質を得ることが出来、ま た生産性に優れたセルロースエステルフィルムの製造装 置及び製造方法を提供する。

【解決手段】 溶液流延製膜方法によりセルロースエス テルフィルムを製造する装置において、剥離ロールの直 後からテンター導入口までの間に、ウェブの少なくとも 金属支持体上での空気側の面に対して無接触で接送する 手段を有することを特徴とするセルロースエステルフィ ルムの製造装置。



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-277267 (P2001-277267A)

(43)公開日 平成13年10月9日(2001.10.9)

(51) Int.Cl. ⁷		識別記号		FΙ			Ť	-73-ド(参考)
B 2 9 C	41/28			B 2 9 C	41/28			4F071
	41/52				41/52			4 F 2 O 5
C 0 8 J	5/18	CEP		C 0 8 J	5/18		CEP	
// B29K	1:00			B 2 9 K	1:00			
B 2 9 L	7: 00			B 2 9 L	7:00			
		\	審査請求	未請求 請:	求項の数10	OL	(全 13 頁)	最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-100671(P2000-100671)

(22)出願日 平成12年4月3日(2000.4.3)

(71)出願人 000001270.

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72)発明者 黒川 正一

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

社内

Fターム(参考) 4F071 AA09 AH12 AH19 BA02 BB02

BC01 BC12

4F205 AA01 AG01 GA07 GB02 GC07

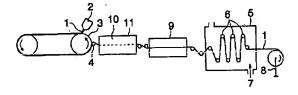
GN19 GN22 GN24 GN29

(54) 【発明の名称】 セルロースエステルフィルムの製造装置及び製造方法

(57)【要約】

【課題】 液晶画像表示装置やハロゲン化銀写真感光材料に有用な、特に薄手の液晶画像表示装置用のセルロースエステルフィルムを、溶液流延製膜法による製造装置及びその製造方法を用いて高速生産する際、ウェブの残留溶媒量が多くなっても、またフィルムが薄手になっても汚れ、平面性劣化、両端の折れ、擦り傷の発生がなく、また光学的にも問題ない品質を得ることが出来、また生産性に優れたセルロースエステルフィルムの製造装置及び製造方法を提供する。

【解決手段】 溶液流延製膜方法によりセルロースエステルフィルムを製造する装置において、剥離ロールの直後からテンター導入口までの間に、ウェブの少なくとも金属支持体上での空気側の面に対して無接触で搬送する手段を有することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造装置。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 溶液流延製膜方法によりセルロースエステルフィルムを製造する装置において、剥離ロールの直後からテンター導入口までの間に、ウェブの少なくとも金属支持体上での空気側の面に対して無接触で搬送する手段を有することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造装置。

【請求項2】 溶液流延製膜方法によりセルロースエステルフィルムを製造する装置において、剥離ロールの直後からテンター導入口までの間に、ウェブの少なくとも 10 金属支持体上での空気側の面に対して無接触で搬送する手段を有し、且つ空気側の面に接触する搬送ロールを3 本以内とすることを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造装置。

【請求項3】 前記無接触で搬送する手段のウェブの搬送距離が剥離ロールの直後からテンター出口までのウェブの搬送距離の10~60%を有することを特徴とする請求項1または2に記載のセルロースエステルフィルムの製造装置。

【請求項4】 前記無接触で搬送する手段が、ウェブの 20 両面に風を吹き付けるエアーフローター型のもの、ウェブの両端を把持するもの及びウェブの金属支持体上での金属支持体側の面のみが接触するサクションロール型のものから選ばれる少なくとも一つのものであることを特徴とする請求項1乃至3の何れか1項に記載のセルロースエステルフィルムの製造装置。

【請求項5】 請求項1乃至4の何れか1項に記載の製造装置で製膜することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項6】 前記無接触で搬送する手段に、残留溶媒 30 量20~130質量%のウェブを通すことを特徴とする 請求項5に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項7】 前記無接触で搬送する手段に、残留溶媒量30質量%以上70質量%未満のウェブを通すことを特徴とする請求項6に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項8】 前記無接触で搬送する手段の雰囲気温度を40℃以下として、該装置にウェブを通すことを特徴とする請求項5乃至7の何れか1項に記載のセルロース 40 エステルフィルムの製造方法。

【請求項9】 ウェブの乾燥後の膜厚を $20\sim100\mu$ mとして製膜することを特徴とする請求項5乃至8の何れか1項に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項10】 ウェブの乾燥後の膜厚を20~85μmとして製膜することを特徴とする請求項9に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

2

【発明の属する技術分野】本発明は液晶画像表示装置や ハロゲン化銀写真感光材料に有用なセルロースエステル フィルムの製造装置及び製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】従来からの溶液流延製膜方法によるセル ローストリアセテートフィルムの製造方法は、図1に示 したようなセルローストリアセテートフィルムの製造装 置により行われている。図1は溶液流延製膜セルロース エステルフィルム製造装置の概略図である。セルロース トリアセテートフィルムは、セルローストリアセテート 溶液(以下、このような溶液をドープとも呼ぶ)を鏡面 処理された表面を有する無端走行する金属支持体(例え ばベルトあるいはドラム) 3上にダイ2からドープ膜1 として流延し、このドープ膜1を(これをウェブ1とも 呼ぶ)剥離ロール4で剥離し、乾燥装置5に導入し、ロ ール群6によってウェブ1を引き回し、その間にウェブ 1は導入された乾燥ガス風7によって乾燥されセルロー ストリアセテートフィルムとして巻取り機8で巻き取ら れ製造される。通常乾燥は、図1のようにウェブを多数 の搬送ロールを千鳥状に通し、乾燥風を当てて行われる のが一般的であるが、米国特許第2,319,053号 明細書のように、赤外線などで乾燥する方法もある。こ のウェブを直接ロールに掛けるのではなくエアを吹き出 してその圧でウェブを浮上させることにより掛架体と非 接触状態で移動させる方式も開発されている(例えば特 開昭55-135046号公報など)。一方、ポリエス テル、ポリプロピレンなどのフィルムの機械強度等を改 善するために行われる延伸方法の一つにフィルムの両側 縁部をクリップ等で固定して2~6倍延伸するテンター 方式がある。このテンター方式を利用してフェノキシ樹 脂等のフィルムから液晶表示パネルの基板を製造する技 術も開発されており(特開昭59-211006号公 報)、このフィルムにはセルロースアセテートフィルム も使用出来ることがその中に示唆されており、特開平4 -284211号、特開昭62-115035号公報に 示されているようなテンターによりセルローストリアセ テートフィルムの製造方法が開示されている。

【0003】図2は、テンター乾燥機を有する溶液流延 製膜セルロースエステルフィルム製造装置の概略図であ る。剥離ロール4で剥離されたウェブ1は、テンター乾 燥機9に導入されウェブの両端をクリップで把持されて 幅を保持されるか、または若干の幅延伸が行われながら 乾燥される。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、セルロースエステルフィルムの生産速度が益々速くなるに従い、金属支持体からウェブを剥離する際のウェブに残留する溶媒量(以降残留溶媒量という)が多くなり、ウェブは柔らかく不安定になる。通常の搬送ロールでは、このような柔らかいウェブは、安定した搬送が出来難いば

かりか、搬送中ウェブに擦り傷がついたり、また乾燥中のウェブから可塑剤や紫外線吸収剤等のウェブ中の添加剤が析出しロールを汚す。その結果ウェブに汚れ、ムラや押されによる平面性劣化等を生じ、フィルムの品質を低下させるという問題があった。また、生産速度が高くなると残留溶媒量が多くなり、ウェブは柔らかさが増すため部分的な伸びが生じ易く、平面性が劣化するばかりでなく、このフィルムを使用した液晶画像表示装置の見易さに関係するフィルムの長さ方向、幅方向、厚み方向の屈折率が乱れ、液晶画像表示装置の品質にも影響を及10 ぼす場合がある。

【0005】そこで、これらを避けるため、剥離後直ぐ に、ウェブの両端をクリップで把持しながら搬送乾燥さ せるテンター方法があるが、剥離後いきなりテンターで 乾燥する方法は、残留溶媒量が多い場合、ウェブの両端 のカールが強まり端部が丸まりクリッピングがしにくく なり、端部が折れたり、ウェブに裂けが入ったりするよ うなクリッピングの失敗により生産中断を引き起こし、 4産性が極端に低下していた。ハロゲン化銀写真感光材 料に使用していたセルローストリアセテートフィルムの 20 厚さは90~200µmで比較的厚く、安定して生産す ることが出来るが、最近の液晶画像表示装置用のセルロ ースエステルフィルムは20~85μmと薄手のフィル ムが求められるようになり、薄手になればなるほどドー プ中の添加剤が析出または揮発して汚れ易く、ウェブの 両端の折れが発生し易く、また擦り傷も付きやすくな り、従来のセルローストリアセテートフィルムの製造装 置では、安定した生産が出来にくくなっている。

【0006】本発明の目的は、液晶画像表示装置やハロゲン化銀写真感光材料に有用な、特に薄手の液晶画像表 30示装置用のセルロースエステルフィルムを、溶液流延製膜法による製造装置及びその製造方法を用いて高速生産する際、ウェブの残留溶媒量が多くなっても、またフィルムが薄手になっても汚れ、平面性劣化、両端の折れ、擦り傷の発生がなく、また光学的にも問題ない品質を得ることが出来、また生産性に優れたセルロースエステルフィルムの製造装置及び製造方法を提供することにある。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明は、ウェブを剥離 40 後直ちにテンターに導入する従来のセルロースエステルフィルムの製造装置及び製造方法と異なり、剥離後のウェブの金属支持体上での空気側の面に対して無接触で搬送する手段を有する装置を、剥離ロール直後からテンター導入口の間に設ける製造装置及び製造方法である。この装置及び方法を用いることにより、擦り傷や、添加剤の折出や揮発による汚れ、両端のカールの発生を防ぐことが出来、更にその部分の乾燥温度をコントロールすることにより、品質及び生産性に優れたセルロースエステルフィルムを得ることが出来るのである。 50

【0008】なお、本発明において、剥離後のウェブの 面を指定する表現として、ドープ流延後の金属支持体上 でのウェブの面には、金属支持体側に接している面と反 対面の空気側の面とがあるが、これより以降、前者をB 面と、また後者をA面という場合がある。

【0009】また、本発明で用いる残留溶媒量は下記の式で表せる。

残留溶媒量(質量%)= { (M-N) /N} ×100 ここで、Mはウェブの任意時点での質量、NはMを11 0℃で3時間乾燥させた時の質量である。

【0010】本発明は下記の構成よりなる。

(1) 溶液流延製膜方法によりセルロースエステルフィルムを製造する装置において、剥離ロールの直後からテンター導入口までの間に、ウェブの少なくとも金属支持体上での空気側の面に対して無接触で搬送する手段を有することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造装置。

【0011】(2) 溶液流延製膜方法によりセルロースエステルフィルムを製造する装置において、剥離ロールの直後からテンター導入口までの間に、ウェブの少なくとも金属支持体上での空気側の面に対して無接触で搬送する手段を有し、且つ空気側の面に接触する搬送ロールを3本以内とすることを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造装置。

【0012】(3) 前記無接触で搬送する手段のウェブの搬送距離が剥離ロールの直後からテンター出口までのウェブの搬送距離の $10\sim60\%$ を有することを特徴とする(1)または(2)に記載のセルロースエステルフィルムの製造装置。

※ 【0013】(4) 前記無接触で搬送する手段が、ウェブの両面に風を吹き付けるエアーフローター型のもの、ウェブの両端を把持するもの及びウェブの金属支持体上での金属支持体側の面のみが接触するサクションロール型のものから選ばれる少なくとも一つのものであることを特徴とする(1)乃至(3)の何れか1項に記載のセルロースエステルフィルムの製造装置。

【0014】(5) (1)乃至(4)の何れか1項に 記載の製造装置で製膜することを特徴とするセルロース エステルフィルムの製造方法。

【0015】(6) 前記無接触で搬送する手段に、残留溶媒量20~130質量%のウェブを通すことを特徴とする(5)に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【0016】(7) 前記無接触で搬送する手段に、残留溶媒量30質量%以上70質量%未満のウェブを通すことを特徴とする(6)に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【0017】(8) 前記無接触で搬送する手段の雰囲 気温度を40℃以下として、該装置にウェブを通すこと 50 を特徴とする(5)乃至(7)の何れか1項に記載のセ ルロースエステルフィルムの製造方法。

【0018】(9) ウェブの乾燥後の膜厚を20~1 00 μmとして製膜することを特徴とする (5) 乃至 (8) の何れか1項に記載のセルロースエステルフィル ムの製造方法。

【0019】(10) ウェブの乾燥後の膜厚を20~ 85μmとして製膜することを特徴とする(9)に記載 のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【0020】本発明を詳述する。先ず、本発明に係わる 溶液流延製膜法によるセルロースエステルフィルムの製 10 膜方法について説明する。

【0021】先ず、セルロースエステルを有機溶媒に溶 解してドープを形成する。本発明に係るセルロースエス テルフィルムに使用するセルロースエステルは、リンタ ーパルプ、ウッドパルプ及びケナフパルプから選ばれる セルロースを用い、それらに無水酢酸、無水プロピオン 酸、または無水酪酸を常法により反応して得られるもの で、セルロースの水酸基に対する全アシル基の置換度が 2.5~3.0のセルローストリアセテート、セルロー スアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブ 20 チレート、及びセルロースアセテートプロピオネートブ チレートである。本発明に係るセルロースエステルのア セチル基の置換度は少なくとも1.5以上は必要である ことが好ましい。セルロースエステルのアシル基の置換 度の測定方法としては、ASTMのD-817-91に 準じて実施することが出来る。これらのセルロースエス テルの分子量は数平均分子量として、70,000~3 00,000の範囲が、フィルムに成形した場合の機械 的強度が強く好ましい。更に80,000~200,0 00が好ましい。通常、セルロースエステルは反応後の 30 水洗等処理後において、フレーク状となり、その形状で 使用されるが、粒子サイズは粒径をO.05~2.0m mの範囲とすることにより溶解性を早めることが出来好 ましい。

【0022】セルロースエステルのフレークに対する良 溶媒を主とする有機溶媒に溶解釜中で該フレークを撹拌 しながら溶解し、ドープを形成する。溶解には、常圧で 行う方法、主溶媒の沸点以下で行う方法、主溶媒の沸点 以上で加圧して行う方法、特開平9-95544号、同 9-95557号または同9-95538号公報に記載 40 の如き冷却溶解法で行う方法、特開平11-21379 号公報に記載の如き高圧で行う方法等種々の溶解方法が ある。溶解後ドープを沪材で沪過し、脱泡してポンプで 次工程に送る。ドープ中のセルロースエステルの濃度は 10~35質量%程度である。

【0023】セルロースエステルに対する良溶媒として の有機溶媒としては、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ア ミル、ギ酸エチル、アセトン、シクロヘキサノン、アセ ト酢酸メチル、テトラヒドロフラン、1,3-ジオキソ

2, 3, 3-ヘキサフルオロ-1-プロパノール、1, 3-ジフルオロ-2-プロパノール、1,1,1,3, 3.3-ヘキサフルオロ-2-メチル-2-プロパノー ル、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロー2ープ ロパノール、2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロ-1ープロパノール、ニトロエタン、2ーピロリドン、N-メチルー2ーピロリドン、1,3ージメチルー2ーイミ ダゾリジノン、塩化メチレン、ブロモプロパン等を挙げ

オキサン、2,2,2-トリフルオロエタノール、2,

ることが出来、酢酸メチル、アセトン、塩化メチレンが 好ましく用いられる。しかし最近の環境問題から非塩素 系の有機溶媒の方が好ましい傾向にある。また、これら の有機溶媒に、メタノール、エタノール、ブタノール等 の低級アルコールを併用すると、セルロースエステルの 有機溶媒への溶解性が向上したりドープ粘度を低減出来 るので好ましい。特に沸点が低く、毒性の少ないエタノ

【0024】ドープ中に、フタル酸エステル、リン酸エ ステルなどの可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、マッ ト剤などの添加剤を加えることにより、セルロースエス テルフィルムに起因するハロゲン化銀写真感光材料や液 晶画像表示装置の性能を向上させることが出来る。

ールが好ましい。

【0025】本発明において、セルロースエステルフィ ルム中に可塑剤を含有させることが好ましい。用いるこ との出来る可塑剤としては特に限定しないが、リン酸エ ステル系では、トリフェニルホスフェート、トリクレジ ルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、オ クチルジフェニルホスフェート、ジフェニルビフェニル ホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリブチル ホスフェート等、フタル酸エステル系では、ジエチルフ タレート、ジメトキシエチルフタレート、ジメチルフタ レート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、 ジー2ーエチルヘキシルフタレート等、グリコール酸エ ステル系では、トリアセチン、トリブチリン、ブチルフ タリルブチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリ コレート、メチルフタリルエチルグリコレート、ブチル フタリルブチルグリコレート等を単独あるいは併用する のが好ましい。可塑剤は必要に応じて、2種類以上を併 用して用いてもよい、セルロースエステルに用いる場

合、リン酸エステル系の可塑剤の使用比率は50%以下 が、セルロースエステルフィルムの加水分解を引き起こ しにくく、耐久性に優れるため好ましい。リン酸エステ ル系の可塑剤比率は少ない方がさらに好ましく、フタル 酸エステル系やグリコール酸エステル系の可塑剤だけを 使用することが特に好ましい。可塑剤のセルロースエス テルに対する添加量としては、0.5~30質量%が好 ましく、特に2~15質量%が好ましい。

【0026】また、本発明において、セルロースエステ ルフィルム中に紫外線吸収剤を含有させることが好まし ラン、4ーメチルー1,3ージオキソラン、1,4ージ 50 く、紫外線吸収剤としては、液晶の劣化防止の点より波 長370 nm以下の紫外線の吸収能に優れ、かつ良好な

液晶表示性の点より波長400mm以上の可視光の吸収 が可及的に少ないものが好ましく用いられる。特に、波 長370 nmでの透過率が10%以下である必要があ

り、好ましくは5%以下、より好ましくは2%以下であ る。本発明において、使用し得る紫外線吸収剤として は、例えば、オキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾト リアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベ ンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、 ニッケル錯塩系化合物等を挙げることが出来るが、着色 10 の少ないベンゾトリアゾール系化合物が好ましい。しか しこれらには限定されない。紫外線吸収剤は2種以上用 いてもよい。紫外線吸収剤のドープへの添加方法は、ア ルコールやメチレンクロライド、ジオキソランなどの有 機溶媒に紫外線吸収剤を溶解してから添加するか、また は直接ドープ組成中に添加してもよい。無機粉体のよう に有機溶剤に溶解しないものは、有機溶剤とセルロース エステル中にデゾルバやサンドミルを使用し、分散して からドープに添加する。本発明において、紫外線吸収剤 の使用量はセルロースエステルに対し0.5~20質量 20 %の範囲で添加することが出来、0.6~5.0質量%

が好ましく、特に好ましくは0.6~2.0質量%であ

【0027】更に、本発明のセルロースエステルフィル ム中には、酸化防止剤を含有させることが好ましく、酸 化防止剤としては、ヒンダードフェノール系の化合物が 好ましく用いられ、2,6-ジーセーブチルーpークレ ゾール、ペンタエリスリチルーテトラキス〔3-(3, 5-ジーセーブチルー4-ヒドロキシフェニル)プロピ オネート]、トリエチレングリコールービス〔3-(3 30 -t-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート)、1,6-ヘキサンジオールービス (3-(3,5-ジーセーブチルー4-ヒドロキシフェ ニル)プロピオネート]、2,4-ビスー(n-オクチ ルチオ)-6-(4-ヒドロキシ-3,5-ジーセーブ チルアニリノ)-1,3,5-トリアジン、2,2-チ オージエチレンビス〔3-(3,5-ジーtーブチルー 4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、オクタデ シルー3-(3,5-ジーt-ブチル-4-ヒドロキシ フェニル) プロピオネート、1,3,5-トリメチルー 2, 4, 6-トリス(3, 5-ジ-t-ブチル-4-ヒ ドロキシベンジル)ベンゼン、トリスー(3,5-ジー t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル) -イソシアヌレ イト等が挙げられる。特に2,6ージーtーブチルーp ークレゾール、ペンタエリスリチルーテトラキス〔3- $(3, 5-\tilde{y}-t-\tilde{y}+\tilde{y}-4-t)$ プロピオネート)、トリエチレングリコールービス (3 - (3-t-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェ ニル)プロピオネート]が好ましい。また例えば、N, N'ービス〔3-(3,5-ジーtーブチルー4-ヒド 50 してもよいし、溶液調製中や調製後に添加してもよい。

ロキシフェニル) プロピオニル] ヒドラジン等のヒドラ ジン系の金属不活性剤やトリス(2,4-ジーt-ブチ ルフェニル)フォスファイト等のリン系加工安定剤を併 用してもよい。これらの化合物の添加量は、セルロース エステルに対して質量割合で1ppm~1.0%が好ま しく、10~1000ppmが更に好ましい。

【0028】また本発明において、セルロースエステル フィルム中に、微粒子のマット剤を含有するのが好まし く、微粒子のマット剤としては、例えば二酸化ケイ素、 二酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、 炭酸カルシウム、カオリン、タルク、焼成ケイ酸カルシ ウム、水和ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケ イ酸マグネシウム、リン酸カルシウム等の無機微粒子や 架橋高分子微粒子を含有させることが好ましい。中でも 二酸化ケイ素がフィルムのヘイズを小さく出来るので好 ましい。微粒子の2次粒子の平均粒径は0.01~1. Oμmの範囲で、その含有量はセルロースエステルに対 して0.005~0.3質量%が好ましい。二酸化ケイ 素のような微粒子は有機物により表面処理されている場 合が多いが、このようなものはフィルムのヘイズを低下 出来るため好ましい。表面処理で好ましい有機物として は、ハロシラン類、アルコキシシラン類、シラザン、シ ロキサンなどがあげられる。微粒子の平均粒径が大きい 方がマット効果は大きく、反対に平均粒径の小さい方は 透明性に優れるため、好ましい微粒子の一次粒子の平均 粒径は5~50 nmで、より好ましくは7~14 nmで ある。これらの微粒子はセルロースエステルフィルム中 では、通常、凝集体として存在しセルロースエステルフ ィルム表面に0.01~1.0µmの凹凸を生成させる ことが好ましい。二酸化ケイ素の微粒子としてはアエロ ジル (株) 製のAEROSIL 200、200V、3 00, R972, R972V, R974, R202, R 812, OX50、TT600等を挙げることが出来、 好ましくはAEROSIL R972、R972V、R 974、R202、R812である。これらのマット剤 は2種以上併用してもよい。2種以上併用する場合、任 意の割合で混合して使用することが出来る。この場合、 平均粒径や材質の異なるマット剤、例えばAEROSI L 200VとR972Vを質量比で0.1:99.9 ~99.9~0.1の範囲で使用出来る。

【0029】ドープ中には、染料等も添加されることが ある。ハロゲン化銀写真感光材料用にはライトパイピン グ防止用の着色剤が添加される。これらの化合物の添加 量は、セルロースエステルに対して質量割合で1ppm ~1.0%が好ましく、10~1000ppmが更に好 ましい。また、この他、帯電防止剤、難燃剤、滑剤、油 剤等も加える場合がある。

【0030】これらの添加剤は、セルロースエステル溶 液の調製の際に、セルロースエステルや溶媒と共に添加

【0031】次に、ドープを金属支持体上に流延する工 程、金属支持体上での乾燥工程及びウェブを金属支持体 から剥離する剥離工程について述べる。

【0032】金属支持体の表面は鏡面となっている。流 延工程は、上記の如きドープを加圧型定量ギヤボンプを 通して加圧ダイに送液し、流延位置において、無限に走 行する無端の金属ベルトあるいは回転する金属ドラムの 金属支持体(以降、単に支持体ということもある)上に 加圧ダイからドープを流延する工程である。その他の流 節するドクターブレード法、あるいは逆回転するロール で調節するリバースロールコーターによる方法等がある が、口金部分のスリット形状を調整出来、膜厚を均一に し易い加圧ダイが好ましい。加圧ダイには、コートハン ガーダイやTダイ等があるが、何れも好ましく用いられ る。製膜速度を上げるために加圧ダイを金属支持体上に 2基以上設け、ドープ量を分割して重層してもよい。膜 厚の調節には、所望の厚さになるように、ドープ濃度、 ポンプの送液量、ダイの口金のスリット間隙、ダイの押 し出し圧力、金属支持体の速度等をコントロールするの 20 がよい。

【0033】金属支持体上での乾燥工程は、ウェブを支 持体上で加熱し溶媒を蒸発させる工程である。溶媒を蒸 発させるには、ウェブ側から風を吹かせる方法及び/ま たは支持体の裏面から液体により伝熱させる方法、輻射 熱により表裏から伝熱する方法等があるが、裏面液体伝 熱の方法が乾燥効率がよく好ましい。またそれらを組み 合わせる方法も好ましい。また、ウェブの膜厚が薄けれ ば乾燥が早い。金属支持体の温度は全体が同じでも、位 置によって異なっていてもよい。金属支持体を20℃以 30 下にしてドープを冷却し固化させてウェブの剥離を早め る方法もあるが、この場合ほとんどウェブの乾燥は進ま ない状態で剥離することになる。本発明においては、出 来る限り金属支持体上で乾燥することが好ましい。

【0034】剥離工程は、金属支持体上で冷却固化し て、あるいは有機溶媒を蒸発させて、金属支持体が一周 する前にウェブを剥離する工程で、その後ウェブは乾燥 工程に送られる。金属支持体からウェブを剥離する位置 のことを剥離点といい、また剥離を助けるロールを剥離 ロールという。ウェブの厚さにもよるが、剥離点でのウ 40 ェブの残留溶媒量があまり大き過ぎると剥離し難かった り、逆に支持体上で充分に乾燥させてから剥離すると、 途中でウェブの一部が剥がれたりすることがある。製膜 速度を上げる方法(残留溶媒量が出来るだけ多いうちに 剥離するため製膜速度を上げることが出来る)として、 残留溶媒量が多くとも剥離出来るゲル流延法(ゲルキャ スティング)がある。その方法としては、ドープ中にセ ルロースエステルに対する貧溶媒を加えて、ドープ流延 後、ゲル化する方法、支持体の温度を低めてゲル化する

ある。支持体上でゲル化させ膜を強くすることによっ て、剥離を早め製膜速度を上げることが出来るのであ る。残留溶媒量がより多い時点で剥離する場合、ウェブ が柔らか過ぎると剥離時平面性を損なったり、剥離張力 によるツレや縦スジが発生し易く、経済速度と品質との 兼ね合いで剥離残留溶媒量を決められる。液晶表示装置 に用いるセルロースエステルフィルムは乾燥後の膜厚が 20~170µmの範囲にあり、その都度乾燥温度を変 えればよい。本発明においては、20~100µmの範 延する方法は流延されたドープ膜をブレードで膜厚を調 10 囲が好ましい。100μm以下のセルロースエステルフ ィルムに対応するウェブは金属支持体上でかなり乾燥さ れており、より低いレベルの残留溶媒量で剥離される。 【0035】本発明は、剥離ロールからテンター導入口 までの間に新規の手段を用いたセルロースエステルフィ ルムの製造装置及び製造方法に関するもので、ウェブの A面にロール等が接して起こる可塑剤や紫外線防止剤の ような添加剤による汚れや押されによる平面性劣化、ま た剥離後のウェブ両端のカール、更に擦り傷の発止等の トラブルを下記の方法により改善するものである。

> 【0036】すなわち、本発明は、ウェブを剥離ロール からテンター導入口までの間に、少なくともウェブのA 面に対して無接触で搬送する手段を有するセルロースエ ステルフィルムの製造装置であり、搬送ロールを使用す る場合にはA面に対して接触する搬送ロールを3本以内 とするものである。ウェブを剥離ロールからテンター導 入口までの間を無接触で搬送する手段を有する装置によ るウェブの搬送距離は、剥離ロール以降テンターが終了 するまでのウェブの全搬送距離の10~60%を占める ことが好ましい。

【0037】本発明において、剥離ロールの後からテン ター導入口までの間、ウェブを無接触で搬送するという のは、仕上がりフィルム中の製品として使用する両端以 外の中程の部分を無接触で搬送するという意味であり、 またA面には他の物体を接触させないで搬送するという ことも含まれる。薄手のウェブになればなるほど、A面 からウェブ中の添加物が析出または揮発し易いため、ウ ェブのA面について特に他の物体に接触させないように するのである。

【0038】本発明で用いられる無接触で搬送する手段 を有する装置は、本発明でいう無接触で搬送する手段の ものであれば制限なく使用出来るが、エアーフローター 型のもの、ウェブの両端の部分をクリップやニップロー ル等で把持し得るもの、またサクションロール型のもの が好ましい。またそれらを組み合わせて用いることによ って更に効果を上げることが出来る。またウェブが薄手 の場合には、金属支持体上での乾燥が進むため、柔らか さも減少し、B面にロール状のものを接触させて搬送さ せてもよい。また、本発明において、この間での搬送口 ール (ガイドロール)を必要とする場合は、A面に接触 方法等がある。また、ドープ中に金属塩を加える方法も 50 するロール本数を出来るだけ少なくすることがよく、3 本以内である。それも、出来るだけテンター導入口付近 で使用するのがよい。

【0039】図により本発明の無接触搬送手段を有する装置を説明する。図3は、剥離ロールからテンター導入口までの間に、無接触搬送手段を有する溶液流延製膜装置の概略図である。無接触で搬送する手段10については、下記図4~11に示した無接触で搬送する手段で具体例として説明する。11は無接触で搬送する手段10の装置のカバーで、剥離ロール4の後テンター9の導入口までの間の搬送手段をカバーし、そこで蒸発する有機10溶媒や揮発する添加剤を系外に排出したり、その間のウェブ1の加熱するためのものである。加熱の方式は熱風をウェブに当てるようなものでもよく、マイクロウエーブや、近または遠赤外線等を用いてもよい。また、無接触で搬送する手段10の前後、特に後には、図示してないが、ウェブ1を搬送する駆動系がある。

【0040】図4は、エアーフローター型の無接触搬送 手段を有する装置の概略図である。サイン(sin)カ ーブ状にウェブ1を搬送するエアーフローター型無接触 搬送装置で、ヘッダー20から圧力のかかった気体をウ 20 ェブの両面に吹き出し、吹き出し風22がウェブ1を浮 かせ搬送するものである。

【0041】図5は、スリット状工アー吹き出し孔を有するヘッダーの見取り図である。ヘッダー20には気体を吹き出す多数の孔(開口部)が開いており、図5ではスリット状孔(開口部)21になっている。ウェブ1の両面にヘッダー20のスリット状孔(開口部)21から吹き出す気体により、ウェブ1は互い違いにあるヘッダー20との間をサイン(sin)カーブ状に彎曲しながら搬送される。スリット状孔(開口部)21はウェブ1 30に対して自由な角度に開けられているスリットでもよい。

【0042】図6はパンチ板エアー吹き出し孔を有する ヘッダーの見取り図である。図6ではパンチ板に小さな 孔(開口部)21′が多数開いており、孔の形は真円、 楕円、それより細長いものなど形には制限はない。

【0043】図7は、エアーフローター型の無接触搬送手段を有する装置の概略図である。円筒型ヘッダー23にはパンチ板に小さな孔21、がウェブ1を浮かせて搬送する部分にのみ開けられており、図7のようにそのよ40うな円筒型ヘッダー23が交互に配列してある。また、図7の円筒にはウェブ1の出入りの所に円筒の幅方向にウェブ幅くらいの棒状の突起の抵抗物24があり、これは吹き出し風22の吹き出しから急激な解放により生じるウェブの振動を抑えるために設けられているもので、この抵抗物がなくてもウェブが円筒型ヘッダー23に接触しないで搬送出来るヘッダーのエアー条件もあるが、あった方が好ましく、その断面形状は三角形、正方形、その他の形であっても形は問わない。

【0044】図8は、円筒型ヘッダーの見取り図であ

12

る。ウェブが浮いて通過する円筒型ヘッダー23の面には多数の小さな孔(開口部)21′が開けられており、孔の形は円形、楕円形、スリット形、より細長い形のものなどウェブを浮かせて搬送出来るものであれば特に制限はない。図8では、円筒型ヘッダー23の面の小さな孔21′が内側よりも周辺部に密に開けられている。パンチ板の周辺部の孔の開口率は内側より大きく、開口率として2~20倍にすることによりウェブ1を安定して搬送することができる。開口率を変化させるには、孔の大きさ、孔の数などで調節すればよい。

【0045】図9は、ポケット型の孔の断面拡大図である。このポケット型の孔26はヘッダー20または23の孔(開口部)21′から吹き出す風22が外側(図面では上)に出てウェブ1に当たる時、ウェブの支持体張力変動が発生した際のクッションの効果を発揮する機構のもので、単なる筒型の孔よりこのようなポケット型の孔26となっていることが好ましい。ポケット孔26の形状、広げられた孔の大きさ、深さ、パンチ板との関係は特に制限なく形成してもよいが、例えば、上側のポケットの孔の大きさは内側の孔の2~5倍くらいで、、ポケット孔の深さはその直径の0.2~5倍くらいがよい。

【0046】ヘッダー20または23から吹き出る風22の圧力は200~1200Paであればよく、「パンチ板の小さな孔21」の総面積/ウェブがヘッダーを抱いている全面積」比を抑えた図7及び8の静圧型のエアーフローター型ヘッダーではヘッダー圧力を1000~4000Paとすることが好ましい。

【0047】図10は、ウェブの両面の両端を可動式の キャタピラ状のベルトにより把持して無接触で搬送する 手段の見取り図である。ウェブ1の両面の両端を可動式 のキャタピラ状のベルト27で把持し、可動式のキャタ ピラ状のベルト27は動力源 (図示してない) から伝達 された回転する複数のホイール28で無端走行して回転 し、ウェブ1を無接触で搬送する。ホイール28はスプ ロケットのようなものでもよいし、可動式キャタピラ状 ベルトに同調して動力伝達出来るものであれば何れでも よい。可動式のキャタピラ状のベルト27の表面は平面 であるよりも、ピンのような突起29やウェブ1の搬送 方向に溝(図示してない)がある方がよく、それらが上 下の可動式のキャタピラ状のベルト27にあることによ り、ウェブ1を上下からしっかりと把持出来るようにな っている。可動式のキャタピラ状のベルト27の表面の 形状はウェブ1をしっかりと把持出来る物で有れば制限 なく用いることが出来る。

【0048】図11は、ウェブの両面の両端を幅の狭い 複数対のニップロールにより把持して無接触で搬送する 手段の見取り図である。ウェブ1の両端を上下からニッ プする複数対のロール30には、凹凸31がある形状の 50 方がないものより把持し易く好ましく、エンボッシング 加工用のような凹凸があってよく、その形には特に制限ない。より好ましくは上下が雄雄の噛み合わせ型になっていることが好ましい。また、その形状は、先の鋭角なもの、溝状のもの等、凹凸の形状、大きさ及び高さはしっかり把持出来るものであれば制限ない。ウェブが自重で垂れ下がるような場合には、ウェブの下側から図5または6のようなヘッダーで気体を当てて支えてもよい。該複数対のニップロール30は駆動ロール(図示してない)と全て同調して回転するのが好ましい。該複数対のニップロール30の圧力としては30~500Pa程度 10でよく、50~200Paが好ましい。

【0049】図12は、サクションロール型の無接触搬送手段を有する装置の概略図である。ウェブ1のB面がアーチを形成しているサクションロール32に接し、全てのサクションロール32は、図示してないドライブロールと同調して回転しており、サクションチャンバー33が減圧になっていて、サクションロール32とウェブによって隙間が減圧され、ウェブ1は吸い付けられながら移動するようになっている。つまりウェブのA面が無接触でサクションロール32上で搬送されるようになっているのである。サクションロール32は同調しながら回転しているので擦り傷などが出来ないようになっている。サクションチャンバー33における減圧度としては300~2000Pa程度でよく、好ましくは500~1000Paである。減圧はダクト34を通して減圧機(図示していない)により行われる。

【0050】また、図示してないが、ウェブのB面に接する該ウェブ幅以上の長さのロールとウェブのA面の両端を把持する幅の狭いロールでウェブを搬送する手段も好ましく用いることが出来る。幅の狭いロールは図10 30に示したウェブのA面に接するロール30と同様なものでよい。またB面に接する長いロールのウェブの両端が接する部分に上記ロール30と同様な形状の突起があっても良い。

【0051】更に、本発明の無接触で搬送する手段は、 例えば、ポリエステルフィルムの延伸時に使用するよう なクリップでウェブの両端を把持して搬送する手段(図 示してない)であってもよい。

【0052】より更に、これも図示してないが、少なくとも片面のウェブの両端を吸盤のようなウェブを吸い付 40けるようなもので把持して無接触で搬送する手段でもよい。

【0053】本発明においては、上記の種々の手段を併用するのが好ましく、エアーフローター型またはサクションロール型の搬送手段の場合には、その前に両端を把持する搬送手段を用い併用するのが好ましいし、複数対のニップロールの場合にはウェブが弛まないようにヘッダーで吹き付けて支えてもよい。

【0054】本発明において、剥離ロールの直後からテンター導入口までの間で、ウェブを急激に乾燥させるこ 50

14

とは、ウェブの幅の収縮や、両端からのカールが急激に 起こり、操作を失敗したり、また平面性も劣化し、また ロール接触による擦り傷が発生するが、本発明の無接触 で搬送する手段を用いることによってこれらを防ぐこと が出来る。その間では、ウェブを幅方向にはほとんど引 っ張ることなく、若干幅方向に弛み、剥離された幅に対 して若干幅方向に乾燥収縮により引っ張られるが、無接 触部での仕上げフィルムの幅は0.95~1.05倍く らいになるとよい。またウェブからの有機溶媒の蒸発に よるウェブ及び接触する部材の温度を低下(蒸発潜熱に よる低下)させない程度の温度で30~60℃がよく、 30℃以上40℃以下が好ましい。蒸発潜熱による把持 部材や接するロール等の温度が低下するとそれらにウェ ブからの添加剤が析出し付着し、ウェブを汚し易い。そ のために、上記手段でウェブの両端を把持する部材に加 熱手段を設け加熱することも好ましい。例えば、突起を 有するベルトやニップロールが上記の如く温度を保つこ とは好ましい。

【0055】本発明の無接触で搬送する手段を用いる間 において、支持体上でのウェブの膜厚、含有する有機溶 媒種あるいは加熱方法によって異なるが、ウェブの残留 溶媒量は20~130質量%で搬送されるのがよく、好 ましくは20~100質量%であり、より好ましくは3 0~70質量%であり、ウェブが50µm以下と薄い場 合には30質量%以上70質量%未満の残留溶媒量が好 ましい。例えば、ウェブの膜厚について、一例を示す と、仕上がり後の膜厚が100μmのウェブでは120 質量%以下で本発明の無接触で搬送する手段の部分に導 入されるが、膜厚が80μmでは80~90質量%で、 また膜厚が40µmでは30~40質量%のように、必 ずしも直線的な関係にあるとは限らないが変化する。 【0056】本発明の無接触で搬送する手段の間で、出 来れば積極的に加熱するのが好ましいが、加熱温度が高 かったり、急激な加熱は、ウェブの両端のカールの発生 を招きテンター導入口でのウェブの折れ込みが起こり易 く、その都度生産を中断しなければならなくなる。また そればかりでなく、本発明の無接触で搬送する手段にお いても折れ込みが発生することもあり、このような高温 及び急激な加熱は避ける必要がある。

【0057】なお、本発明のセルロースエステルフィルム製造装置は、本発明の無接触で搬送する手段を有する装置の後にテンター乾燥機を必ず有するものである。テンターはウェブの両端をクリップで把持して、ウェブの幅を保持したり、ウェブを幅方向に延伸したりして、それにより平面性を向上させるのに用いられる。クリップの方式は、ボリエステルフィルムの横延伸に使用されるクリップ、あるいは特開昭62-115035号公報に記載されているようなピンクリップ等を用いるのがよい。乾燥の手段はウェブの両面に熱風を吹かせるのが一般的であるが、風の代わりにマイクロウエーブを当てて

加熱する手段を用いてもよい。あまり急激な乾燥は出来上がりのフィルムの平面性を損ね易いので避けた方がよく、テンター内で50~180℃くらいまで徐々に高くしていくことが好ましい。本発明の無接触搬送後のテンターにおける高温乾燥は、ウェブの膜厚にもよるが、残留溶媒が10質量%以下くらいから行うのがよい。全体を通して、通常乾燥温度は40~250℃で、50~180℃が好ましい。使用する溶媒によって、乾燥温度、乾燥風量及び乾燥時間を変える必要がある。

【0058】乾燥されたウェブは、残留溶媒量が2質量 10 %以下となってからフィルムとして巻き取られる。残留溶媒量を0.4質量%以下にすることにより寸法安定性の良好なフィルムを得ることが出来る。巻き取り方法は、一般に使用されているものを用いればよく、定トルク法、定テンション法、テーパーテンション法、内部応力一定のプログラムテンションコントロール法等があり、それらを使いわければよい。また、膜厚を均一にする手段として、巻き取り以前で、膜厚検出手段を用いて測定し、プログラムされたフィードバック情報を上記の各装置にフィードバックさせて調節するのが好ましい。 20 【0059】

【実施例】本発明を下記実施例により詳細に説明するが、これらに限定されない。

【0060】実施例1

アセチル置換度2.88のセルローストリアセテート (数平均分子量150,000)100質量部、チヌビ ン326(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製) 0.5質量部、チヌピン171(チバ・スペシャルティ ·ケミカルズ社製)0.5質量部、アエロジル200V (日本アエロジル(株)製)O.1質量部、エチルフタ 30 リルエチルグリコレート2質量部、トリメチルフォスフ ェイト10質量部をメチレンクロライド450質量部と エタノール50質量部を加圧密閉容器に投入し、60℃ に加温して容器内圧力を2気圧とし、撹拌しながらセル ロースエステルを完全に溶解させドープを得た。このド ープを安積沪紙(株)製の安積沪紙No. 244を使用 して沪過し、更に日本精線(株)製のファインメットN M(絶対沪過精度100μm)、ファインポアNF(絶 対沪過精度50μm、15μm、5μmの順に順次沪過 精度を上げて使用)を使用して沪過圧力9.8kPaで 40. 沪過し製膜に供した。得られたドープを、ダイからステ ンレスベルト上に流延した。 裏面から38℃の温度の温 水を接触させて温度制御されたステンレスベルト上で1 分間乾燥した後、更にステンレスベルトの裏面に、25 ℃の冷水を接触させて15秒間保持した後、ウェブ中の 残留溶媒量が40質量%になった時点でステンレスベル トから剥離した。剥離ロールの直後からテンター導入口 までの間の搬送手段として、図10に示したようなウェ ブの両端を可動式のキャタピラ状のベルトで把持して搬 送する手段と図4及び図6に示したようなエアーフロー 50

ター型の無接触で搬送する手段を直列に組み合わせて使 用した。キャタピラ状のベルトには上下雌雄の互いに咬 み合うような突起状凹凸がある。これらにより、ウェブ を、ウェブの両端をしっかりと把持して搬送し、両面か ら40℃の風を当て、その直ぐ後にエアーフローター型 の無接触搬送装置で40℃の風をヘッダー開口部静圧と して1200Paでウェブに当て支え搬送した。それに 続いてテンターにウェブを残留溶媒量25質量%で導入 し、70~100℃でウェブの両端を把持しながら30 秒間搬送し乾燥した。更にテンターを出た後、ロール群 を有する乾燥機で100~150℃で10分間乾燥さ せ、膜厚40μmのフィルムを作製した。なおここで、 剥離ロール直後からテンター出口までの全搬送距離に対 するキャタピラ状ベルトで搬送する手段とエアーフロー ター型の無接触で搬送する手段の合計搬送距離の比率を 30%とした。

【0061】実施例2

アセチル基の置換度2.00、プロピオニル基の置換度 0.80、数平均分子量100,000のセルロースア セテートプロピオネート100質量部、トリメチルフォ スフェート10質量部、チヌビン326(チバ・スペシ ャルティ・ケミカルズ社製) 0.5質量部、チヌビン1 71 (チバスペシャルティ・ケミカルズ社製) 0.5質 量部、2,6-ジーt-ブチルーp-クレゾール、ペン タエリスリチルーテトラキス〔3-(3,5-ジーt-ブチルー4ーヒドロキシフェニル)プロピオネート〕 0.5質量部、アエロジル200V(日本アエロジル (株) 製) 0.1質量部、酢酸メチル350質量部、エ タノール50質量部を加圧密閉容器に投入し、75℃に 加温して容器内圧力を2気圧とし、撹拌しながらセルロ ースエステルを完全に溶解させドープを得た。ドープ温 度を35℃まで下げて一晩静置し、実施例1と同様に沪 過を行い、得られたドープを、ダイからステンレスベル ト上に流延した。裏面から50℃の温度の温水を接触さ せて温度制御されたステンレスベルト上で1分間乾燥し た後、更にステンレスベルトの裏面に、25℃の冷水を 接触させて15秒間保持した後、ウェブ中の残留溶媒量 が45質量%になった時点でステンレスベルトから剥離 した。剥離ロールの直後からテンター導入口までの間の 搬送手段として、図11に示したようなウェブの両面の 両端を複数対のニップロール(ロールには上下雌雄互い に咬み合うように突起状凹凸が施されている)とその後 に図7及び8に示したような円筒型のヘッダーを有する 無接触で搬送する手段を有する装置を使用した。それに より、先ずウェブを、両端を150Paのニップ圧でし っかりと把持して搬送し、その後、円筒型のヘッダーの 内部ヘッダー圧を4000Paとし、ヘッダーから吹き 出す風を40℃としてウェブの両面に当てて搬送した。 この時のヘッダーの孔 (開口部)を、ウェブの出入り部 及び両端部の孔の開口率を7%とし、その他の開口率を

1%とし、パンチ板の孔を円形で、直径を1mmとし、 且つ図9のようなポケット孔のポケット部を直径と深さ を各々3mmとし、直径1mm部の厚みを15mmとし た。その後、テンターにウェブを残留溶媒量25質量% で導入し、70~100℃でウェブの両端を把持しなが ら30秒間乾燥し、テンターを出た後、ロール群を有す る乾燥機で100~150℃で10分間乾燥させ、膜厚 40μmのフィルムを作製した。なおここで、剥離ロー ルからテンター出口までの全搬送距離に対するキャタピ ラ状ベルトで搬送する手段と円筒型のヘッダーを有する 10 譽曲しながら波動のようにウェブを無接触で搬送する手 段の合計搬送距離の比率を40%とした。

【0062】実施例3

剥離ロールの直後からテンター導入口までの間の搬送手 段として、図11に示したようなウェブの両端を複数対 の幅の狭いニップロールにより150Paのニップ圧で 把持して(上下のニップロールには上下雌雄の咬み合う ように設けられた突起状凹凸でしっかりと両端を把持し て) 搬送し、剥離ロールからテンター出口までの全搬送 距離に対する複数対の幅の狭いニップロールで把持して 20 搬送する手段の搬送距離の比率を45%とした以外は実 施例1と同様に厚さ40μmのセルローストリアセテー トフィルムを作製した。

【0063】実施例4

剥離ロールの直後からテンター導入口までの間の搬送手 段として、図10に示したようなウェブの両面の両端を 可動式のキャタピラ状のベルトで把持して搬送した後、 図12に示したようなサクションロール型のもので50 OPaの減圧度で吸引しながら搬送し、剥離ロールから テンター出口までの全搬送距離に対するキャタピラ状の 30 ベルトで把持して搬送手段とサクションロール型の搬送*

18 * 手段の合計搬送距離の比率を55%とした以外は実施例 1と同様に厚さ40μmのセルローストリアセテートフ

ィルムを作製した。 【0064】比較例1

剥離ロールの直後からテンター導入口までの間を、図1 に示したような搬送ロールを10本通した後に、テンタ ー導入口のウェブの残留溶媒量を20質量%として導入 し、剥離ロールの後からテンター出口までの全搬送距離 に対する剥離ロールからテンター導入口までの搬送距離 の比率を8%とした以外は実施例1と同様に行い、厚さ 40μmのセルローストリアセテートフィルムを作製し た。なお、ロール搬送部での張力を100N/m幅とし た。

【0065】比較例2

剥離ロールの直後からテンター導入口までの間を、図2 のように直ぐにテンターに導入し、剥離ロール後及びテ ンター導入口でのウェブの残留溶媒量を80質量%と し、剥離ロールの後からテンター出口までの全搬送距離 に対する剥離ロールからテンダー導入口までの搬送距離 の比率を1%とした以外は実施例1と同様に行い、厚さ 40 μmのセルローストリアセテートフィルムを作製し た。

【0066】以上の実施例1~4及び比較例1及び2に おいて各々を連続24時間製膜した。作製したフィルム 面の汚れの状態、擦り傷を、フィルムを蛍光灯に透かし て見たり、光を反射させて見たりして観察しフィルムの 品質と、またウェブの両端の折れによる作業性のし易さ を評価し結果を表1に示した。

[0067]

【表1】

	フィルムの	ウェブ両端の折れの			
	汚れと押され変形	捩り傷	状態と作業性		
実施例1	汚れなく品質良好	握り傷無く良好	折れず作業性良好		
実施例2	汚れなく品質良好	操り傷無く良好	折れず作業性良好		
実施例3	汚れなく品質良好	擦り傷無く良好	折れず作業性良好		
実施例4	汚れなく品質良好	據り傷無く良好	折れず作業性良好		
比較例1	汚れと押され変形あり	擦り傷多数発生	折れが屡々入り生産性低下		
比較例2	汚れと押され変形なし	捩り傷なし	折れが屡々入り生産性低下		

【0068】(結果)剥離ロールの後からテンター導入 40※液晶画像表示装置用のセルロースエステルフィルムを高 口までの間に本発明のウェブを無接触で搬送する手段を 用いたものは、ウェブの汚れや擦り傷がなく、ウェブの 両端のカールによる折れも全く発生しなかった。これに 対して比較例1の汚れと擦り傷が発生し、またウェブは カール起因の端部の折れが発生し作業操作が困難であっ た。また比較例2は汚れと擦り傷の発生はなかったが、 カール起因の端部の折れがはいり生産をしばしば中断し なくてはならず操作性が極めて困難であった。

【発明の効果】薄手のセルロースエステルフィルム特に※50 装置の概略図。

品質で、且つ高生産で製造出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】溶液流延製膜セルロースエステルフィルム製造 装置の概略図。

【図2】テンター乾燥機を有する溶液流延製膜セルロー スエステルフィルム製造装置の概略図。

【図3】剥離ロールからテンター導入口までの間に、無 接触搬送手段を有する溶液流延製膜装置の概略図。

【図4】エアーフローター型の無接触搬送手段を有する

9/19/06, EAST Version: 2.1.0.14

19

【図5】スリット状エアー吹き出し孔を有するヘッダー の見取り図。

【図6】パンチ板エアー吹き出し孔を有するヘッダーの 見取り図。

【図7】エアーフローター型の無接触搬送手段を有する 装置の概略図。

【図8】円筒型ヘッダーの見取り図。

【図9】ポケット型の孔の断面拡大図。

【図10】ウェブの両面の両端を可動式のキャタピラ状 のベルトにより把持して無接触で搬送する手段の見取り 10 10 無接触で搬送する手段 図.

【図11】ウェブの両面の両端を幅の狭い複数対のニッ プロールにより把持して無接触で搬送する手段の見取り 図。

【図12】サクションロール型の無接触搬送手段を有す る装置の概略図。

【符号の説明】

1 ドープ膜(ウェブ)

2 ダイ

3 金属支持体

4 剥離ロール

5 乾燥装置

6 ロール群

7 乾燥ガス風

8 巻取り機

9・テンター乾燥機

11 カバー

20 ヘッダー

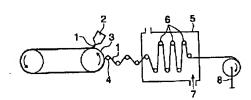
21 スリット状孔(開口部)

21′ 小さな孔(開口部)

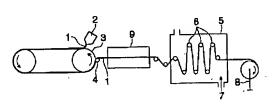
22 吹き出し風

26 ポケット型の孔

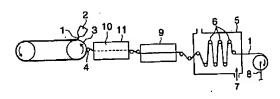
【図1】



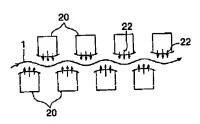
【図2】



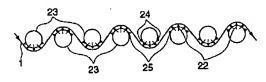
【図3】



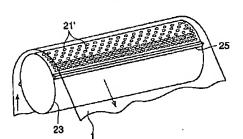
【図4】



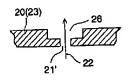
【図7】

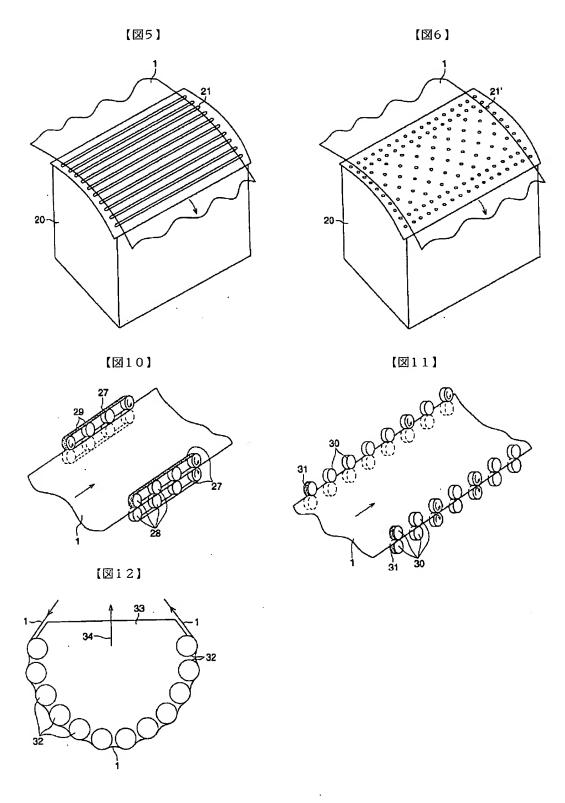


【図8】



【図9】





(13)

特開2001-277267

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

C08L 1:08

CO8L 1:08